

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-279752

(43) 公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34 A
B 2 2 F 3/105		C 2 2 C 28/00 B
5/00		C 1 1 B 7/26 5 3 1
C 2 2 C 28/00		B 2 2 F 3/10 N
G 1 1 B 7/26	5 3 1	5/00 Z
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)		

(21) 出願番号 特願平10-80044

(22) 出願日 平成10年(1998) 3月27日

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋 5 丁目 11 番 3 号

(72) 発明者 岸 俊人

東京都青梅市末広町 1 - 6 - 1 住友金属  
鉱山株式会社電子事業本部内

(72) 発明者 伊藤 弘幸

東京都青梅市末広町 1 - 6 - 1 住友金属  
鉱山株式会社電子事業本部内

(54) 【発明の名称】 相変化型光記録用スパッタリングターゲットの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、難焼結材料である相変化型光記録媒体用スパッタリングターゲットを量産性良く、また組織の制御が可能に製造する方法の提供を課題とする。

【解決手段】 Ge、Ag、Inのうちの少なくとも一種を3～50原子%、Sbを10～50原子%含み、必要に応じ5原子%未満の添加物を含み、残部が実質的にTeの相変化型光記録用スパッタリングターゲットの製造方法において、原料粉末としてGe、Ag、Inのうちの少なくとも一種と、所定量のSbと、所定量のTeとを含む合金粉末、好ましくは熔融状態からアトマイズして急冷されたアトマイズ合金粉末を用い、放電プラズマ法により焼結するものであり、放電プラズマ焼結時の所定温度までの昇温を30分以内で行い、所定温度での保持を30分以内とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Ge、Ag、Inのうちの少なくとも一種を3～50原子%、Sbを10～50原子%含み、必要に応じ5原子%未満の添加物を含み、残部が実質的にTeの相変化型光記録用スパッタリングターゲットの製造方法において、原料粉末としてGe、Ag、Inのうちの少なくとも一種と、所定量のSbと、所定量のTeとを含む合金粉末、好ましくは熔融状態からアトマイズして急冷されたアトマイズ合金粉末を用い、放電プラズマ法により焼結するものであり、放電プラズマ焼結時の所定温度までの昇温を30分以内で行い、所定温度での保持を30分以内とすることを特徴とする相変化型光記録用スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項2】 原料粉末として熔融状態からアトマイズして急冷されたアトマイズ合金粉末を用いる請求項1記載の方法。

【請求項3】 原料粉末として平均粒径が10～200 $\mu$ mの粉末を用いる請求項1または2記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、相変化型光記録媒体をスパッタリング法によって製造するとき用いるスパッタリングターゲットの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】相変化型光記録用スパッタリングターゲットは難焼結材料であるため、通常は真空ホットプレスまたはHIP等により製造されている。しかし、いずれの方法も設備費用が高価である上、量産性に劣るため、製品コストの上昇につながるという欠点をもっている。また、当該ターゲットは、成膜中に生じる異常放電の防止や、成膜された膜の膜厚分布や膜質を均質に保つために、ターゲットの組織を制御する必要がある。そのため、焼結条件に制約が生じ、十分な高密度焼結体が得にくいという問題もある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の問題点を解決し、量産性に優れ、また組織の制御が可能な、ターゲットの製造方法を提供することにある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは種々検討した結果、放電プラズマ焼結法を用いることで、上記目的を解決可能であることを見出し本発明に至った。すなわち、上記課題を解決する本発明は、Ge、Ag、Inのうちの少なくとも一種を3～50原子%、Sbを10～50原子%含み、必要に応じ5原子%未満の添加物を含み、残部が実質的にTeの相変化型光記録用スパッタリングターゲットの製造方法において、原料粉末としてGe、Ag、Inのうちの少なくとも一種と、所定量のSbと、所定量のTeとを含む合金粉末、好ましくは熔融状態からアトマイズして急冷されたアトマイズ合金粉末

を用い、放電プラズマ法により焼結するものであり、放電プラズマ焼結時の所定温度までの昇温を30分以内で行い、所定温度での保持を30分以内とするものである。

## 【0005】

【発明の実施の形態】スパッタリングターゲットを用いて成膜する場合、得られる膜が均質であることが必要となる。また、成膜中に異常放電等が起きないことが必要である。この目的をかなえるためにはスパッタリングターゲットの組成が均一で、かつ複数相に分離していないことが望まれる。よって、得られるスパッタリングターゲットの組織を制御することが必要となる。

【0006】本発明で原料粉末として合金粉末を用いるのはこのためであり、より制御しやすくするために熔融状態からガスアトマイズ法等により急冷して得られた粉末を用いることが望まれる。また、本発明において所定温度までの昇温時間を30分以内、所定温度での保持時間を30分以内とするのも上記組織制御の観点より行うものである。この組織制御をより良好にするためには、所定温度までの昇温に20分以内とし、所定温度での保持時間を15分以内とすることが望ましい。

【0007】なお、用いる合金粉の粒径は特に限定されないが、平均粒径で10～200 $\mu$ mとすると十分な給粉密度が得られ、高密度焼結体が得られやすいので好ましい。

【0008】スパッタリングターゲットの密度は、膜質に特に目立った影響を与えないが、ターゲットの寿命を考慮すると高密度であることが望まれる。よって、相対密度90%以上を確保することが好ましい。本発明では、焼結保持温度を制御することで比較的容易に90%以上の高密度ターゲットを得ることができる。

## 【0009】

【実施例】次に実施例を用いて本発明をさらに説明する。

【0010】（実施例1）Geを22原子%、Sbを22原子%、Teを56原子%含む鋳塊を粉砕して平均粒径100 $\mu$ mの合金粉末とし、これを直径130mmのグラファイト型に給粉し、放電プラズマ焼結機を用いて、圧力を100kg/cm<sup>2</sup>とし、400℃まで15分で昇温し、400℃で10分保持して焼結体を得た。この焼結体を127mm $\phi$ 、厚さ5mmに加工後密度を測定したところ相対密度95%であった。

【0011】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ500オングストロームのGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はなく、良好なものであった。

【0012】なお、スパッタリング中1～2回/分程度の異常放電が観察された。

【0013】(実施例2) Geを22原子%、Sbを22原子%、Teを56原子%含む融体を用い、アルゴンガスを用いたガスアトマイズ法により平均粒径 $150\mu\text{m}$ の合金粉を作製し、これを直径 $130\text{mm}$ のグラファイト型に給粉し、放電プラズマ焼結機を用いて、圧力を $100\text{kg}/\text{cm}^2$ とし、 $400^\circ\text{C}$ まで15分で昇温し、 $400^\circ\text{C}$ で10分保持して焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度95%であった。

【0014】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はなく、良好なものであった。

【0015】なお、スパッタリング中に異常放電は観察されず、成膜速度も使用開始から使用終了までの間に5%低下したのみであった。

【0016】(実施例3) 焼結時に $400^\circ\text{C}$ まで30分で昇温し、 $400^\circ\text{C}$ で30分保持して焼結体を得た以外は実施例2と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度95%であった。

【0017】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はなく、良好なものであった。

【0018】なお、スパッタリング中1~2回/分程度の異常放電が観察された。

【0019】(実施例4) 用いる合金粉の平均粒径を $50\mu\text{m}$ にした以外は実施例1と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度98%であった。

【0020】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はなく、良好なものであった。

【0021】なお、スパッタリング中1~2回/分程度の異常放電が観察された。

【0022】(実施例5) 実施例2で得られたアトマイズ粉を粉砕し平均粒径が $10\mu\text{m}$ の粉末を作製した。この合金粉末を用いた以外は実施例1と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度94%であった。

【0023】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上

に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はないものの、実施例1と比較した場合膜厚分布のばらつきが若干大ききであった。

【0024】なお、スパッタリング中の異常放電も2~3回/分程度に増加していた。

【0025】(実施例6) 用いる合金粉の平均粒径を $200\mu\text{m}$ にした以外は実施例1と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度91%であった。

【0026】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性に特に問題はないものの、実施例1と比較した場合膜厚分布のばらつきが若干大ききであった。

【0027】(実施例7) 実施例2で得られたアトマイズ粉を粉砕し平均粒径が $8\mu\text{m}$ の粉末を作製した。この合金粉末を用いた以外は実施例1と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度92%であった。

【0028】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性が実施例1、2より劣るものの使用可能なものであった。

【0029】なお、スパッタリング中の異常放電は7~9回/分程度となっていた。

【0030】(実施例8) 用いる合金粉の平均粒径を $250\mu\text{m}$ にした以外は実施例1と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度93%であった。

【0031】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上に常法に従いDCスパッタを行い厚さ $500\text{\AA}$ のGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性が実施例1、2より劣るものの使用可能なものであった。

【0032】なお、スパッタリング中の異常放電は5~6回/分程度となっていた。

【0033】(比較例1) 焼結時に $400^\circ\text{C}$ まで45分で昇温し、 $400^\circ\text{C}$ で45分保持して焼結体を得た以外は実施例2と同様にして焼結体を得た。この焼結体を直径 $127\text{mm}$ 、厚さ $5\text{mm}$ に加工後密度を測定したところ相対密度95%であった。

【0034】加工して得たスパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートに接合した後、ガラス基板上

に常法に従いDCスパッタを行い厚さ500オングストロームのGe、Sb、Te合金膜を得た。得られた膜は膜厚分布、記録特性が劣り使用に適さないものであることがわかった。

【0035】なお、スパッタリング中の異常放電も23～28回/分程度に増加していた。

【0036】スパッタリング終了後にスパッタリングターゲットの組織分析を行ったところ一部に二相分離して

いる部分が観察された。

【0037】

【発明の効果】本発明では、放電プラズマ焼結法を用いるため、昇温速度を速くすることが可能であり、組織が二相分離する前にターゲットの作製が終了するため良好なスパッタリングターゲットを得ることが可能である。また、本発明の方法は量産性に優れているため経済的効果も大となる。